

Über die Bestimmung des Cadmiums als Oxyd.

Von

PHILIP E. BROWNING und LOUIS C. JONES.¹

In einer Abhandlung über die Bestimmung des Cadmiums² bespricht M. MUSPRATT die Methoden, welche bei der analytischen Bestimmung dieses Elementes in Anwendung sind. Er findet, daß die Fällung des Elements als Karbonat und Überführung desselben durch Erhitzen in das Oxyd zu niedrige Resultate ergibt, und glaubt, daß dieser Umstand auf die leichte Reduzierbarkeit des Cadmiums, besonders bei Gegenwart von organischer Substanz zurückzuführen ist. Um dieselbe zu vermeiden löst er das Karbonat in Salpetersäure, verdampft auf dem Wasserbad zur Trockne und führt das Nitrat durch vorsichtiges Erhitzen in das Oxyd über. Auch bei dieser Behandlung fielen die Resultate zu niedrig aus, obgleich es sich ergab, daß das durch Erhitzen des Nitrats erhaltene Oxyd Spuren von Sulfat aus dem ursprünglich angewandten Cadmiumsulfat enthielt. Nach einer anderen Methode wurde das gefällte Karbonat sorgfältig filtriert und getrocknet und die Hauptmenge in einem gewogenen Porzellantiegel erhitzt. Dieses Oxyd war vollkommen frei von Sulfat.³ Die am Filter zurückgebliebenen Mengen von Karbonat wurden in Salpetersäure gelöst, die Lösung und Waschwässer zur Trockne verdampft, und der Rückstand in einem gewogenen Tiegel erhitzt. Auch hier ergaben sich zu niedrige Resultate, was allerdings bei der umständlichen Manipulation kaum überraschen kann. Übrigens fügt MUSPRATT hinzu, daß die Resultate zufriedenstellend sind, wenn man das durch Erhitzen des Karbonats dargestellte Oxyd als Cd_2O in Rechnung bringt.

¹ Ins Deutsche übertragen von EDMUND THIELE.

² *Journ. Soc. Chem. Ind.* **13**, 211.

³ Nach MUSPRATT'S Theorie wird beim Erhitzen des Karbonats auch das Sulfat dissoziiert, während dies beim Erhitzen des Nitrats nicht der Fall ist.

Eine dritte Modifikation der Methode, welche sich von der vorigen nur dadurch unterscheidet, daß das Karbonat in einem Sauerstoffstrom bis zur Gewichtskonstanz erhitzt wird, giebt bessere Resultate.

In einer früheren Mitteilung aus unserem Laboratorium¹ bediente sich der eine von uns der Karbonatmethode zur Bestimmung des Cadmiums nach Trennung desselben vom Kupfer. Die Filtration wurde in einem Goochtiiegel ausgeführt und die Resultate waren durchaus zufriedenstellend. In dieser Mitteilung möchten wir zeigen, daß beim Filtrieren des Karbonats auf einer Lage von vorher erhitztem Asbest eine Reduktion völlig vermieden wird, der ganze Karbonatprozeß bedeutend vereinfacht ist und sich damit unter die guten analytischen Methoden einreicht. Der Gehalt der bei der Untersuchung angewandten Cadmiumsulfatlösung wurde in der Weise bestimmt, daß man gewogene Teile der Lösung mit einigen Tropfen Schwefelsäure zur Trockne verdampfte, den Rückstand zur schwachen Rotglut erhitzte und als wasserfreies Cadmiumsulfat zur Wägung bringt. Das Mittel von mehreren nahe übereinstimmenden Versuchen ergab den Gehalt der Lösung. Abgemessene Mengen derselben wurden in heißem Wasser gelöst, auf ungefähr 300 ccm verdünnt und eine 10%ige Lösung von Kaliumkarbonat langsam unter beständigem Rühren hinzugefügt, bis kein Niederschlag mehr entstand. Das ausgefällte Karbonat wurde nun 15 Minuten lang gekocht und dadurch in krystallinische Form übergeführt. Nach dem Filtrieren im Goochtiiegel wurde es sorgfältig gewaschen, getrocknet und bei Rotglut bis zu konstantem Gewicht erhitzt. Bei einigen Versuchen wurde das Oxyd nach dem Wägen mit einigen Tropfen Salpetersäure behandelt und von neuem bis zur Gewichtskonstanz erhitzt. Doch ergab sich dabei niemals eine wahrnehmbare Differenz. Die weiter unten folgende Tabelle giebt die Resultate wieder.

Wie man sieht, fallen die Resultate im allgemeinen etwas zu hoch aus, was wahrscheinlich auf dem Einschluf einer geringen Menge von Alkalikarbonat beruht. Um diese Annahme zu beweisen, wurde ein Oxyd, welches ein Plus von 0.0007 g ergeben hatte, in Salpetersäure gelöst und das Kalium nach der Überchlorsäuremethode von KREIDER¹ bestimmt. Es ergab sich eine 0.0006 g Kaliumkarbonat entsprechende Menge von Kalium. Dagegen fanden

¹ BROWNING, *Amer. Journ. Sc. [Sill.]* **46**, 280, s. *Diese Zeitschr.* **5**, 492 R.

² *Diese Zeitschr.* **10**, 277.

wir bei einem anderen Oxyd, welches keinen Fehler zeigte, nur 0.0002 g Karbonat. In der Hauptsache zeigen unsere Resultate, dafs die Karbonatmethode zur quantitativen Bestimmung des Cadmiums mit Erfolg angewandt werden kann, ohne dafs man gezwungen ist den umständlichen Weg MUSPRATTS's zu befolgen.

No.	Angewandtes CdO g	Gefundenes CdO g	Fehler
1	0.1140	0.1143	+ 0.0003
2	0.1142	0.1137	− 0.0005
3	0.1141	0.1148	+ 0.0007
4	0.1141	0.1148	+ 0.0007
5	0.1142	0.1146	+ 0.0004
6	0.1143	0.1147	+ 0.0004
7	0.1143	0.1144	+ 0.0001
8	0.1139	0.1146	+ 0.0007
9	0.1270	0.1272	+ 0.0002
10	0.1279	0.1283	+ 0.0004
11	0.1272	0.1281	+ 0.0009
12	0.1278	0.1281	+ 0.0003
13	0.2556	0.2561	+ 0.0005
14	0.2550	0.2547	− 0.0003
15	0.1272	0.1279	+ 0.0007
16	0.1281	0.1288	+ 0.0007
17	0.1274	0.1278	+ 0.0004
18	0.1284	0.1290	+ 0.0006
19	0.1271	0.1277	+ 0.0006
20	0.1278	0.1285	+ 0.0007
21	0.2555	0.2555	± 0.0000

The Kent Chemical Laboratory of Yale College, New-Haven, Conn.

Bei der Redaktion eingegangen am 20. Juli 1896.